

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号
特開2000-351912
(P2000-351912A)

(43) 公開日 平成12年12月19日 (2000. 12. 19)

(51) Int.Cl.
C 0 9 B 07/20

識別記号

FI
C 0 9 B 07/20

キーワード(参考)

F 4 J 0 3 7

G

L

07/04

07/04

07/08

07/08

C

審査請求 未請求 請求項の数 9 OL (全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2000-68058(P2000-68058)

(22) 出願日 平成12年3月13日 (2000. 3. 13)

(31) 優先権主張番号 特願平11-97169

(32) 優先日 平成11年4月5日 (1999. 4. 5)

(33) 優先権主張国 日本 (JP)

(71) 出願人 000222118

東洋インキ製造株式会社

東京都中央区京橋2丁目3番13号

(72) 発明者 北村 健二

東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ

ンキ製造株式会社内

(73) 発明者 千葉 中

東京都中央区京橋2丁目3番13号 東洋イ

ンキ製造株式会社内

Fターム(参考) 4J037 CC13 CC16 DD24 EE03 EE29

EE43 EE44 FF15

(54) 【発明の名称】 顔料組成物およびそれを使用した水系顔料分散体

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 水系媒体に容易に分散する顔料組成物を大量の水や溶剤を使用せずかつ単一工程で製造する方法を提供する。

【解決手段】 乾式粉砕された顔料、アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂からなる顔料組成物。この顔料組成物は、粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂の存在下に乾式粉砕するか、粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の存在下に乾式粉砕した後、水溶性樹脂を添加して更に乾式粉砕することにより得られる。顔料組成物は水中に分散することにより水系顔料分散体となる。

(2)

特開 2000-351012

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 乾式粉碎された顔料、アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂からなる顔料組成物。

【請求項 2】 水溶性樹脂がアルカリ可溶性樹脂である請求項 1 記載の顔料組成物。

【請求項 3】 顔料が縮合多環系顔料である請求項 1 または 2 記載の顔料組成物。

【請求項 4】 アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤が分子中にアセチレン基と水酸基を有する脂肪族系化合物である請求項 1 ないし 3 いずれか記載の顔料組成物。

【請求項 5】 乾式粉碎された顔料粒子の表面が水溶性樹脂で被覆されている請求項 1 ないし 4 いずれか記載の顔料組成物。

【請求項 6】 水溶性樹脂の量が顔料に対して 2～50 重量%およびアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の量が顔料に対して 1～20 重量%である請求項 1 ないし 5 いずれか記載の顔料組成物。

【請求項 7】 請求項 1 ないし 6 いずれか記載の顔料組成物を水中に分散してなる水系顔料分散体。

【請求項 8】 粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂の存在下に乾式粉碎する顔料組成物の製造方法。

【請求項 9】 粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の存在下に乾式粉碎した後に、水溶性樹脂を添加して更に乾式粉碎する顔料組成物の製造方法。

【請求項 10】 粗大粒子を含む顔料が粗製顔料である請求項 8 または 9 記載の顔料組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、水系媒体に容易に分散する顔料組成物に関し、特に大量の水や溶剤を使用せず単一工程で製造することができる顔料組成物、およびそれを配合した水系顔料分散体に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、顔料の水系分散体を製造する方法としては、水系に適するように処理された顔料を、分散ワニスと混合後、サンドミル、ビーズミル等の分散機を使用して、膨大なエネルギーと時間を費やして分散させる方法が採用されていた。使用される顔料についても多くのエネルギーと時間を使い製品としての顔料に仕上げられていた。例えば、粗製顔料の乾式粉碎による顔料化工程では、粗製顔料を顔料化助剤の存在下でニーダー等の粉碎機により粉碎するため、粉碎のための混練エネルギーと時間、さらに顔料化助剤を顔料から分離精製するためのエネルギーと時間が必要であった。

【0003】 これらの問題を解決すべく、特開昭55-75453号公報には、粗製フタロシアニンを界面活性剤の存在

下で乾式粉碎する方法が、特開平9-217019公報には、粗製顔料を乾式粉碎後、樹脂および有機溶剤と機械的に分散する方法が、特開平9-188845号公報には、粗製銅フタロシアニンを樹脂および有機液体と乾式粉碎する方法等が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記方法をもってしても水系媒体中に低い機械的エネルギーで分散する顔料組成物を経済的に製造するのは不十分であった。したがって、本発明は、水系媒体に容易に分散する顔料組成物を大量の水や溶剤を使用せずかつ単一工程で製造する方法を提供する。

【0005】

【課題を解決するための手段】 すなわち本発明は、乾式粉碎された顔料、アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂からなる顔料組成物に関する。

【0006】 更に本発明は、上記顔料組成物を水中に分散してなる水系顔料分散体に関する。更に本発明は、粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤および水溶性樹脂の存在下に乾式粉碎する顔料組成物の製造方法に関する。

【0007】 更に本発明は、粗大粒子を含む顔料をアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の存在下に乾式粉碎した後に、水溶性樹脂を添加して更に乾式粉碎する顔料組成物の製造方法に関する。

【0008】

【発明の実施の形態】 本発明における顔料としては、フタロシアニン系顔料、キナクリドン系顔料、ジメキサン系顔料などの縮合多環系顔料、モノアゾ顔料、ジスアゾ顔料などのアゾ系が挙げられるが、これらのものに限定されない。乾式粉碎に供する顔料は、最終的な製品形態としての顔料として好ましくない粗大粒子を含む顔料であって、好ましくは、縮合多環系の粗製顔料である。

【0009】 本発明における水溶性樹脂は、水系顔料分散体の樹脂成分またはバインダー成分として通常使用される樹脂、又は、本発明の顔料組成物を用いたインキ濃縮物中に添加される他の成分と相溶性のある樹脂であり得る。好ましく使用できる水溶性樹脂の例は、アクリル酸エステル重合体、アクリル-スチレン共重合体、アクリル-α-メチルスチレン共重合体等のアクリル系樹脂である。これらのアクリル系樹脂は、アルカリ金属イオン、アミン、アモニオ等のアルカリ成分の存在下に水中に溶解することができる。乾式粉碎時に添加する水溶性樹脂はペレット状の形態であると取り扱いが容易であるため好ましい。

【0010】 本発明において乾式粉碎時に添加する水溶性樹脂の量は、顔料に対して2～60重量%、好ましくは、10～25重量%であり、上記数値より多いと乾式粉碎により得られた顔料組成物を用いた濃縮物中の樹脂比率が高くなり、水系分散体の用途が限定されたり、使用で

(A) 特開2000-351912

3

きなくなつて好ましくなく、上記数値より少ないと乾式粉碎により得られた顔料組成物が水中に解膠し、疎くなるため好ましくない。

【0011】本発明のアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤は、分子中にアセチレン基と水酸基を有する脂肪族系化合物で、具体的には、2,4,7,9-アトブメデル-4-デシノールもしくはこれのエチレンオキシド付加物が挙げられる。アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤とエーテル、グリコールとの混合物が使用上好ましい。

【0012】本発明において乾式粉碎時に添加するアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤の量は、顔料に対して1~20重量%、好ましくは、3~10重量%であり、上記より界面活性剤が多くなると乾式粉碎装置内部での粉碎物の固着が生じる危険性が高くなり、又、水系顔料分散体の用途が限定される。また、界面活性剤の量が少なくなると、顔料組成物がビヒクル中で解膠せず、特にフタロシアニン顔料を使用した場合、顔料が発色しなくなる。アセチレン基を含むノニオン系界面活性剤とともに他の界面活性剤を使用してもよい。

【0013】本発明の乾式粉碎は、ピーズ等の粉碎メディアを内蔵した粉碎機を使用し、水や溶剤により顔料を溶解させることなく、粉体の状態（粉碎物を粉碎）するものである。粉碎装置としては、乾式アトライター、ボールミル、振動ミルなどを挙げることができるが、生産効率の点からアトライターが好ましい。乾式粉碎は、粉碎すべき顔料とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤と水溶性樹脂との三成分を同時に粉碎してもよいが、好ましくは、最初に粉碎すべき顔料にアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤を添加して粉碎し、次に水溶性樹脂を添加して更に乾式粉碎する。

【0014】乾式粉碎の条件は、使用する装置により設定する必要があるが、粉碎温度は30~150℃で行うことが好ましい。特に粉碎温度は共存する水溶性樹脂の軟化点より高くなると乾式装置内部での粉碎物の固着が生じる危険性が高くなる。そのため、水溶性樹脂の軟化点よりなるべく低く設定する必要がある。粉碎時間は10分~6時間が好ましく、粉碎時間が短いと顔料中に粉碎が不十分な粒子が含まれるため好ましくなく、又、粉碎時間が長いと生産効率が悪くなるため好ましくない。

【0015】本発明の顔料組成物は、微細に粉碎された顔料粒子の表面を水溶性樹脂あるいは界面活性剤と水溶性樹脂とが被覆した粉体状態であり、アルカリ存在下で水中に容易に解膠し分散する。本発明の顔料組成物は、アルカリ存在下で水系顔料分散体用ビヒクルとを攪拌混合等の簡単な操作により水性顔料分散体とすることができる。

【0016】本発明で得られる顔料組成物に含まれる顔料分散粒子は、ソルベントソルトミリング法で得られた顔料粒子とほぼ同じ粒子径とすることができる。本発明

4

の水系顔料分散体は、例えば、水性塗料、顔料剤、水性インキ、インキジェット用インキ、カラーフィルター用の分散液等として使用することができる。

【0017】

【実施例】以下、実施例、比較例により本発明を具体的に説明する。なお、実施例中で標準顔料として使用しているのは、粗製顔料をソルベントソルトミリングにより顔料化したものであり、結晶型の測定にはX線回折装置を使用した。また粒子サイズと粒子形態は透過型電子顕微鏡で観察した。

【0018】

【実施例1】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン80重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTC」）5重量部を加え90℃で20分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。

【0019】次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は140%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【0020】

【実施例2】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「サーニノールTG」）5重量部を加え90℃で30分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。

【0021】次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は130%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

50

(4)

特開2000 351012

5

【0022】

【実施例3】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「サ・フィノール504」）5重量部を加え90℃で30分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。

【0023】次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は110%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【0024】

【比較例1】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とノニオン系界面活性剤「日本乳化剤社製「No wool723」）5重量部を加え90℃で30分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整したが、ほとんど発色していなかった。

【0025】

【比較例2】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）5重量部を加え90℃で30分間粉碎した。得られた顔料組成物の α 型結晶の含有率は2%以下であった。次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。次に、得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は140%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

6

キと比較したところ、不鮮明であり着色力は70%程度であった。

【0026】

【実施例4】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）3.8重量部を加え90℃で30分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。次に、得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は130%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【0027】

【実施例5】乾式アトライターに粗製銅フタロシアニン83重量部とアセチレン基を含むノニオン系界面活性剤（日信化学工業株式会社製「オルフィンSTG」）6.5重量部を加え90℃で30分間粉碎した。次に、アクリル系樹脂（ジョンソンポリマー社製「ジョンクリルJ-683」）12重量部を加え90℃で20分間粉碎した。次に、得られた顔料組成物は、粉碎された顔料粒子の表面がアクリル系樹脂で被覆された粉体であり、 α 型結晶の含有率は2%以下であった。次に、得られた顔料組成物18重量部を樹脂を溶解するための水酸化ナトリウムを含む水溶液20重量部に加え室温で穏やかに攪拌することにより濃縮分散体を得た。得られた濃縮分散体に水性用スチレンアクリルエマルジョン62重量部を加え最終インキに調整した後、同一顔料分を含む標準インキと比較したところ、本実施例のインキは着色力、透明性、鮮明性などにおいて標準インキより優れており着色力は140%程度の品位を有していた。この時の平均分散粒径は80~120nmであった。

【発明の効果】本発明によれば、一般的な顔料製造方法として採用しているソルベントソルトミリング法から得られる顔料と比較して同等もしくはそれ以上の品質を有する顔料を含む水性分散体を、より低コストで提供することが可能である。また、本発明の顔料組成物は、水中に簡単な操作で顔料を分散することができる。

(5)

特開2000-351912

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 7

識別記号

F I

キーワード (参考)

C 0 9 B 67/40

C 0 9 D 67/40

C 0 9 D 17/00

C 0 9 D 17/00